

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

DERWENT-ACC-NO: 1995-000254  
DERWENT-WEEK: 199501  
COPYRIGHT 1999 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Liquid sample evaporation process - using gas  
stream directed at the  
samples in their containers with control to maintain sample  
temp. range

INVENTOR: BARKEY, V

PATENT-ASSIGNEE: BARKEY V[BARKI]

PRIORITY-DATA: 1993DE-4316163 (May 14, 1993)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PAGES	MAIN-IPC	PUB-DATE	LANGUAGE
DE 4316163 A1	005	G01N 001/28	November 24, 1994	N/A
DE 4316163 C2	005	G01N 001/28	April 27, 1995	N/A

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DATE	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO
DE 4316163A1	May 14, 1993	N/A	1993DE-4316163
DE 4316163C2	May 14, 1993	N/A	1993DE-4316163

INT-CL (IPC): B01D001/00; B01L007/00 ; G01N001/28

ABSTRACTED-PUB-NO: DE 4316163A

BASIC-ABSTRACT: To evaporate samples in sample containers,  
a gas stream is  
applied continuously to the sample in its container. The  
temp. is constantly  
registered, and the heat applied to the sample is  
controlled to maintain the  
sample temp. within a given range.

Also claimed is an appts. with drillings (14,16) in a  
heated block (12) to hold  
the sample containers. A gas blower (30,40) has a number

of gas blower tubes  
(40) which are lowered into the sample containers. A  
thermal sensor at the  
sample containers is linked to the temp. control for the  
heated block (12), to  
maintain the sample containers at a constant temp..

ADVANTAGE - The system significantly reduces the  
evaporation times for liquid  
samples, especially with mixtures of water and acids.

ABSTRACTED-PUB-NO: DE 4316163C  
EQUIVALENT-ABSTRACTS: An arrangement for vaporising samples  
into sample  
chambers by supplying heat, includes a heating block with  
bore holes for  
holding sample chambers, a gas blowing unit with a number  
of tubes which can be  
lowered into the chambers and a temp. sensor. The latter  
is connected to the  
heating block temp. control, and the block temp. is  
controlled so that the  
sample temps. stay within a predetermined range. A sensor  
determines the  
sample level, and a drive maintains the height of the tube  
constant w.r.t. the  
level.

ADVANTAGE - The arrangement enables the vaporisation speed  
to be raised  
uniformly.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.1/2 Dwg.1/2

TITLE-TERMS:  
LIQUID SAMPLE EVAPORATION PROCESS GAS STREAM DIRECT SAMPLE  
CONTAINER CONTROL  
MAINTAIN SAMPLE TEMPERATURE RANGE

DERWENT-CLASS: J01 J04 S03

CPI-CODES: J01-A01;

EPI-CODES: S03-E13D;

SECONDARY-ACC-NO:  
CPI Secondary Accession Numbers: C1995-000094  
Non-CPI Secondary Accession Numbers: N1995-000214



⑬ BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑫ Off enlegungsschrift  
⑩ DE 43 16 163 A 1

⑤ Int. Cl.<sup>5</sup>:  
**G 01 N 1/28**  
B 01 D 1/00  
B 01 L 7/00

⑳ Akt nz icken: P 43 16 163.4  
㉑ Anmeldetag: 14. 5. 93  
㉒ Offenlegungstag: 24. 11. 94

DE 43 16 163 A 1

㉑ Anmelder:  
Barkey, Volker, 33609 Bielefeld, DE

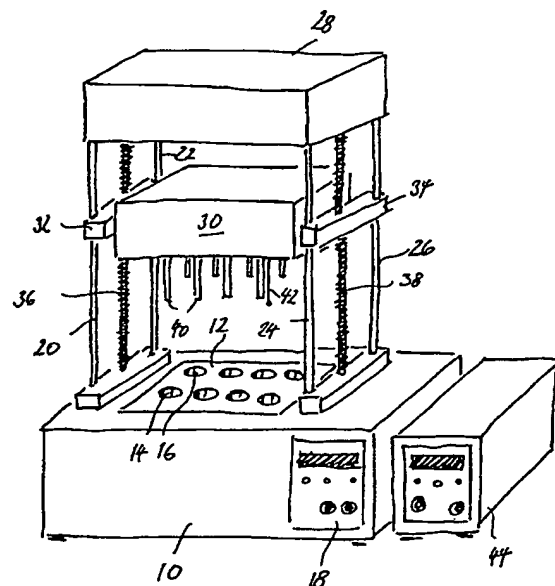
㉒ Vertreter:  
ter Meer, N., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat.; Müller, F.,  
Dipl.-Ing., 81679 München; Steinmeister, H.,  
Dipl.-Ing.; Wiebusch, M., 33617 Bielefeld; Uner, P.,  
Dipl.-Phys. Ing.(grad.) ; Merkle, G., Dipl.-Ing. (FH),  
Pat.-Anwälte, 81679 München

㉓ Erfinder:  
gleich Anmelder

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

㉔ Verfahren und Vorrichtung zum Eindampfen von Proben

㉕ Bei einem Verfahren zum Eindampfen von Proben in Probengefäßen durch Zufuhr von Wärme wird ein Gasstrom kontinuierlich auf die Probe in dem Probegefäß aufgeblasen. Die Temperatur der Probe wird laufend ermittelt und die Wärmezufuhr zu der Probe wird derart eingestellt, daß die Probentemperatur ständig in einem vorgegebenen Bereich verbleibt. Eine Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens umfaßt einen metallischen Heizblock (12) mit Bohrungen (14, 16) zur Aufnahme von Probengefäßen, eine Gasblaseinrichtung (30, 40) mit einer Anzahl von jeweils in eines der Probengefäße absenkbaren Blasröhrchen (40) sowie einen den Probengefäßen zugeordneten Temperatursensor, der mit der Temperatursteuerung des Heizblocks (12) verbunden ist und die Heizblocktemperatur derart steuert, daß die Probentemperatur ständig in einem vorgegebenen Bereich verbleibt.



DE 43 16 163 A 1

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

BUNDESDRUCKEREI 09. 94 408 047/29

5/32

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Eindampfen von Proben in Probengefäßen durch Zufuhr von Wärme, sowie eine Vorrichtung zur Durchführung dieses Verfahrens.

In Laboratorien gehört das Eindampfen von flüssigen Proben zu den verbreiteten Probenvorbereitungsmethoden. Da es sich bei den Probengefäßen zumeist um Reagenzgläser oder ähnlich enge Gefäße handelt, kann die beim Eindampfen entstehende Gasphase nur langsam abziehen. Das Eindampfen von Probenmaterial, insbesondere von wasser- und säurehaltigen Proben, mit Hilfe normaler Konvektion ist daher zeitraubend. Im Hinblick auf eine Temperatursteigerung muß darauf geachtet werden, daß die Temperatur entsprechend der Flüchtigkeit des Probenmaterials eingestellt werden muß. Gegebenenfalls sind Sieden und Siedeverzüge zu vermeiden, und das Eindampfen des Probenmaterials muß so schonend erfolgen, daß die zu bestimmenden Stoffe nicht verlorengehen. Im allgemeinen ist es jedoch wünschenswert, das Probenmaterial so schnell wie möglich einzudampfen und zu analysieren. Das gilt vor allem bei der Spurenanalytik von z. B. Abwasserproben und Gewässerproben, die bei Betriebsstörungen oder Unfällen möglichst schnell analysiert werden müssen. Auch im normalen Alltagsbetrieb ist eine Verkürzung der Verdampfungszeit selbstverständlich wünschenswert, da sie eine Erhöhung des Probendurchsatzes und damit eine bessere Nutzung der zumeist aufwendigen Labor-einrichtung ermöglicht.

Zur Beschleunigung des Eindampfens ist es daher bekannt, in der Umgebung der Proben in geeigneter Weise eine Luft- oder Gasbewegung hervorzurufen, die den Abtransport der beim Eindampfen frei werdenden Gasphase steigert. Der Erfolg dieser Maßnahme ist jedoch verhältnismäßig gering, da es durch die zunehmende Verdampfung und die dadurch gebundene Verdampfungswärme zu einem Temperaturabfall in der Probe kommt. Bei leicht flüchtigen Lösungsmitteln kann es sogar zum Vereisen der Probengefäße mit Hilfe der Luftfeuchtigkeit kommen. Dieser Temperaturabfall wird zwar durch Wärmezufuhr wieder ausgeglichen, jedoch geschieht dies verhältnismäßig langsam, da die üblicherweise in Laboratorien verwendeten Heizgeräte, etwa temperaturgesteuerte Metallblöcke mit Bohrungen zur Aufnahme der Probengefäße, im wesentlichen auf die gewünschte Verdampfungstemperatur eingestellt sind, bei der ein Sieden des Probenmaterials und damit verbunden Siedeverzüge verhindert werden können.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren und eine Vorrichtung zu schaffen die es gestattet, die Eindampfzeit erheblich zu verkürzen.

Diese Aufgabe wird bei einem Verfahren der gattungsgemäßen Art dadurch gelöst, daß ein Gasstrom kontinuierlich auf die Oberfläche des Probenmaterials aufgeblasen wird, daß die Temperatur der Probe laufend ermittelt wird und daß die Wärmezufuhr zu der Probe derart geregelt wird, daß die Temperatur des Probenmaterials ständig in einem vorgegebenen Bereich verbleibt.

Die laufende Überwachung der Temperatur im Probenmaterial bietet die Möglichkeit, die Temperatur der Heizeinrichtung und damit die Wärmezufuhr so zu steuern, daß die vorgegebene Temperatur im Probenmaterial trotz laufender Abkühlung stets konstant bleibt und ein Gleichgewicht zwischen laufender Abkühlung und

Wärmezufuhr hergestellt werden kann.

Eine erfindungsgemäße Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens umfaßt einen Heizblock mit Bohrungen zur Aufnahme von Probengefäßen und ist gekennzeichnet durch eine Gasblaseeinrichtung mit einer Anzahl von jeweils in eines der Probengefäße absenk-  
baren Blasröhrchen sowie einen den Probengefäßen zugeordneten Temperatursensor, der mit der Temperatursteuereinrichtung des Heizblocks verbunden ist und die Heizblocktemperatur derart steuert, daß die Proben-  
temperatur ständig im vorgegebenen Bereich verbleibt.

Vorzugsweise sind Sensoren zur Abtastung des Probenspiegels in den Probengefäßen vorgesehen, und die Blasröhrchen sind selbsttätig anhebbar und absenkbar, so daß sie nachgeführt und in vorgegebenem Abstand zum Probenspiegel gehalten werden können.

Da die Temperatur der Proben stets selbsttätig nachgeregelt wird, kann sich das ausgeblasene Gas bei Raumtemperatur oder auch bei einer erhöhten Temperatur befinden. Anstelle von Luft kann auch Stickstoff oder ein anderes Gas verwendet werden, wenn dies im Hinblick auf die jeweilige Analytik wünschenswert ist. Die Gasmenge pro Zeiteinheit kann hoch angesetzt werden, ohne daß die Gefahr einer übermäßigen Abkühlung der Probe besteht.

Durch die Erwärmung des Luft- oder Gasstromes kann eine Rückkondensation an den Innenwandungen des Probengefäßes oberhalb des Probenspiegels oder auch an dem Blasröhrchen und damit die Gefahr einer Kontamination vermieden werden.

Vorzugsweise werden die Proben-temperatur und die Höhe des Probenspiegels mit Hilfe nur einer als repräsentativ anzusehenden Probe ermittelt.

Wenn auch die Steuerung der Heizblocktemperatur in Abhängigkeit von der Proben-temperatur alle wesentlichen Parameter, wie etwa der Durchsatz und die Temperatur des aufgeblasenen Gases, die Größe der Probe, der Abstand des Blasrohrs zur Probensoberfläche, der Füllungsgrad des Probengefäßes etc. automatisch erfaßt werden, kann die Temperatursteuerung des Heizblocks weitere Einstellmöglichkeiten bieten, etwa eine Umstellung zwischen einer möglichst raschen Verdampfung einerseits oder einer besonders schonenden Verdampfung auf der anderen Seite.

Im folgenden wird ein bevorzugtes Ausführungsbeispiel der Erfindung anhand der beigefügten Zeichnungen näher erläutert.

Fig. 1 zeigt in schematisierter Form eine erfindungsgemäße Vorrichtung.

Eine erfindungsgemäße Vorrichtung umfaßt ein kastenförmiges Gehäuse 10, in das ein quaderförmiger Heizblock 12, insbesondere aus Metall, eingelassen ist. Die obere Oberfläche des Heizblocks 12 liegt frei, und in den Heizblock treten von oben senkrechte Bohrungen 14, 16 ein, in die Probengefäße, etwa in Form von Reagenzgläsern eingesetzt werden können. Durch die hohe Wärmeleitfähigkeit des Blockmaterials und deren hohe Wärmekapazität wird erreicht, daß ein Heizblock dieser Art sehr gleichmäßig durchwärmt wird und hohe Wärmemengen an die in den Bohrungen 14, 16 stehenden Probengefäße abgeben kann, diese also relativ rasch und gleichmäßig erwärmen kann. Heizblöcke dieser Art sind bekannt und erfordern daher keine näheren Erläuterungen.

An der Frontseite des Gehäuses 10 befindet sich eine Schalttafel 18 für die notwendigen Einstellungen. Heizblöcke der gezeigten Art werden üblicherweise mit Hilfe von elektrischen Heizdrähten auf die gewünschte

Temperatur gebracht.

Von der Oberseite des Gehäuses 10 gehen auf beiden Seiten jeweils zwei senkrechte Stützen 20, 22, 24, 26 aus, die an ihren oberen Enden durch ein quaderförmiges Kopfstück 28 zusammengefaßt sind. An den Stützen 20, 22, 24, 26 ist ein kastenförmiges Gebläsegehäuse 30 aufwärts und abwärts verschiebbar geführt. In diesem Zusammenhang befinden sich an den rechts und links in Fig. 1 liegenden Stirnseiten des Gebläsegehäuses Antriebs- und Führungskästen, die in senkrechter Richtung auf den Stützen 20, 22 einerseits und 24, 26 andererseits verschiebbar sind. Zwischen jeweils einem Stützenpaar 20, 22 bzw. 24, 26 verläuft zwischen und parallel zu diesen jeweils eine Spindelstange 36, 38. Die Spindelstangen 36, 38 verbinden ebenfalls die Oberseite des Gehäuses 10 mit dem Kopfstück 28.

Die Spindelstangen können mit Hilfe eines nicht gezeigten Antriebsmotors drehbar sein, der in dem Gehäuse 10 oder dem Kopfstück 28 angeordnet sein kann, und sie können beim Durchgang durch die Antriebs- und Führungskästen 32, 34 eine fest eingebaute Spindelmutter durchlaufen. Alternativ können die Spindelstangen 36, 38 feststehend montiert sein, und in den Antriebs- und Führungskästen 32, 34 kann sich eine drehbare Spindelmutter befinden. Die geschilderte Anordnung ermöglicht es, das Gebläsegehäuse 30 selbsttätig aufwärts und abwärts zu verfahren.

Im Inneren des Gebläsegehäuses 30 befinden sich in nicht gezeigter Weise eine Gebläseeinrichtung und eine Temperiereinrichtung, insbesondere Heizeinrichtung, durch die ein temperiertes Gas, etwa Luft oder Stickstoff, abgegeben wird. Zu diesem Zweck sind an der Unterseite des Gebläsegehäuses 30 senkrecht nach unten gerichtete Blaströhrchen 40 angeordnet. Diese sind in einem Raster angeordnet, das demjenigen der Bohrungen 14, 16 und damit der nicht gezeigten, in den Bohrungen stehenden Probengefäßen entspricht.

Nach dem Einsetzen der Probengefäße in die Bohrungen 14, 16 werden die Blaströhrchen 40 in die Probengefäße bis zu einer vorgegebenen Höhe in bezug auf den Probenspiegel abgesenkt und anschließend selbsttätig in ihrer Höhe gesteuert.

Einem der in Fig. 1 gezeigten Blaströhrchen 40 ist eine Sonde 42 zugeordnet, die die Höhe des jeweiligen Probenspiegels ermittelt und über eine nicht gezeigte Steuerung ein Signal zur Einstellung der Position des Gebläsegehäuses 30 und der Blaströhrchen liefert. Im allgemeinen reicht es aus, die Höhe des Probenspiegels und auch die Probentemperatur nur bei einem Probengefaß repräsentativ zu erfassen. Die Sonde 42 ermittelt im übrigen auch den unteren Endspiegel, bei dem das Eindampfen eingestellt wird. Die ermittelten Temperaturdaten werden einer innerhalb des Gehäuses 10 vorgesehenen Temperaturregung des Heizblocks zugeführt und von dieser derart verarbeitet, daß die Heizblocktemperatur stets auf einem Wert gehalten wird, bei dem die Probentemperatur den vorgegebenen Temperaturwert annimmt. Fig. 1 zeigt im übrigen eine zusätzliche externe Steuereinheit 44, die beispielsweise zur Höheneinstellung des Gebläsegehäuses 30 und zur Steuerung des Durchsatzes und der Temperatur des Gasstromes verwendet werden kann. Diese Steuereinheit 44 kann im übrigen auch in das Gehäuse 10 integriert sein.

Fig. 2 ist eine Teilschnittdarstellung des Heizblocks 12 mit einer Bohrung 14 und einem in die Bohrung eingesetzten Probengefaß 46. Gezeigt ist im übrigen ein Blaströhrchen 40 sowie die bereits erwähnte Sonde 42

zur Messung des Probenspiegels. Weiterhin ist in die Probe ein Temperatursensor 48 eingesetzt, der über eine Leitung 50 in nicht gezeigter Weise mit den Steuereinrichtungen der Vorrichtung verbunden ist, wie oben bereits erläutert wurde.

Fig. 2 zeigt im übrigen eine Greifeinrichtung 52, die es ermöglicht, ein Probengefaß 46 zu erfassen und mit dem Gebläsegehäuse 30 zusammen anzuheben und abzusenken. Dadurch besteht die Möglichkeit, die Proben nach dem Beenden des Eindampfvorganges aus den Bohrungen 14, 16 des Heizblocks 12 herauszunehmen und zur Unterbrechung des Eindampfens zu kühlen. Anderenfalls könnte es wegen der großen Wärmekapazität des Heizblocks auch nach dem Abschalten der Heizung des Heizblocks noch zu einer Überhitzung und Beschädigung der in dem Heizblock verbliebenen eingedampften Proben kommen.

#### Patentansprüche

1. Verfahren zum Eindampfen von Proben in Probengefäßen durch Zufuhr von Wärme, dadurch gekennzeichnet, daß ein Gasstrom kontinuierlich auf die Probe in dem Probengefaß aufgeblasen wird, daß die Temperatur der Probe laufend ermittelt wird und daß die Wärmezufuhr zu der Probe derart eingestellt wird, daß die Temperatur des Probenmaterials ständig in einem vorgegebenen Bereich verbleibt.
2. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 1 mit einem Heizblock (12) mit Bohrungen (14, 16) zur Aufnahme von Probengefäßen, gekennzeichnet durch eine Gasblaseeinrichtung (30, 40) mit einer Anzahl von jeweils in eines der Probengefäße (46) absenkenden Blaströhrchen (40) sowie einen den Probengefäßen zugeordneten Temperatursensor (48, 50), der mit der Temperaturregung des Heizblocks (12) verbunden ist und die Heizblocktemperatur derart steuert, daß die Probentemperatur ständig in einem vorgegebenen Bereich verbleibt.
3. Vorrichtung nach Anspruch 2, gekennzeichnet durch einen Sensor (42) zur Ermittlung des jeweiligen Probenspiegels sowie eine selbsttätige Antriebseinrichtung (32, 34, 38), die die Höhe des Austrittsendes der Blaströhrchen (40) stets in konstantem Abstand zu der Höhe des Probenspiegels hält.
4. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 3, gekennzeichnet durch eine anhebbare und absenkende Greifeinrichtung (52) zum Anheben und Absenken der Probengefäße (46) in bezug auf den Heizblock (12).

Hierzu 2 Seite(n) Zeichnungen

- Leerseite -

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

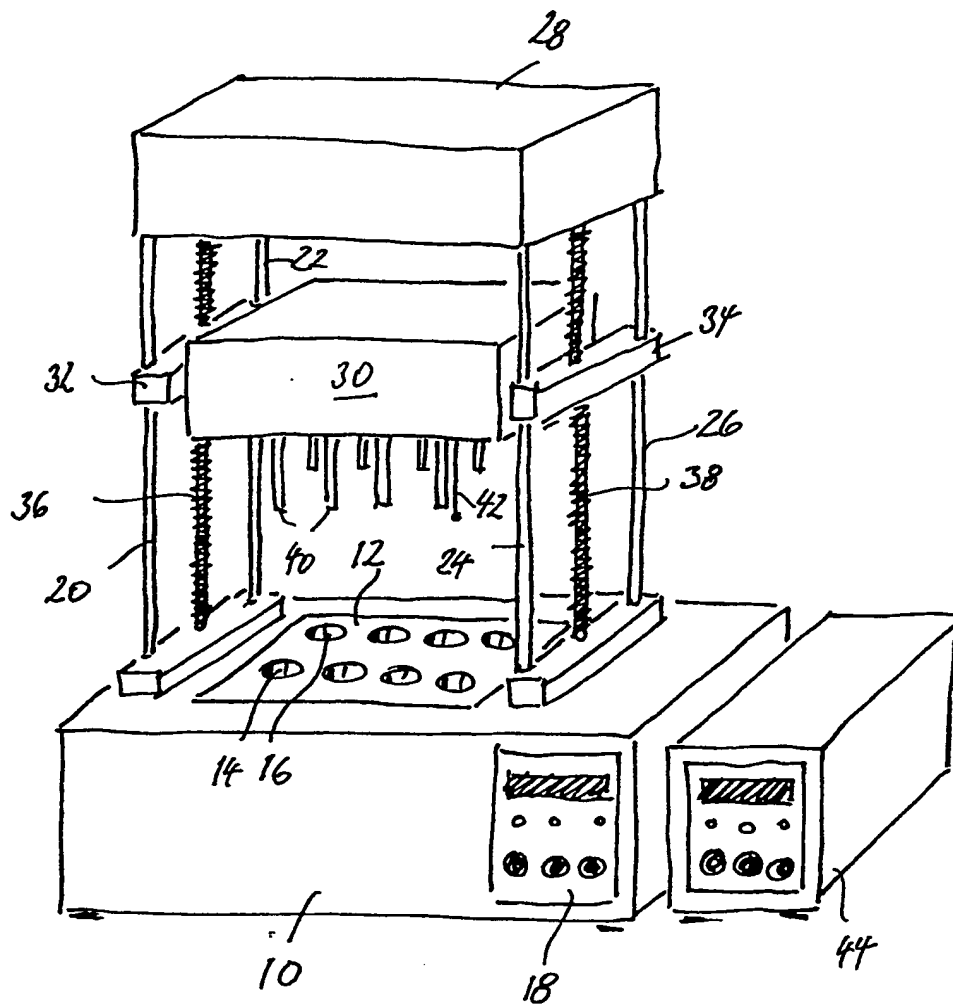


Fig. 1



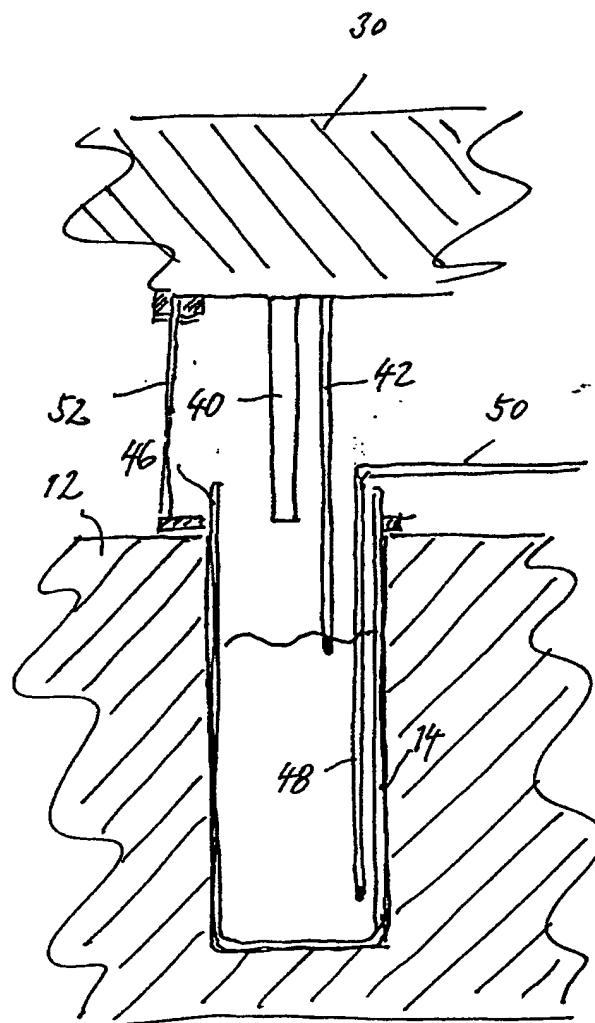


Fig. 2